

## ИТТРИЙ, ЛАНТАН, ИТТЕРБИЙ, ЛЮТЕЦИЙ И ИХ ОКСИДЫ

Химико-спектральный метод определения примесей ванадия, вольфрама, железа, кобальта, марганца, меди, молибдена, никеля, ниобия, свинца, тантала, титана и хрома

ГОСТ  
23862.10-79

Yttrium, lanthanum, ytterbium, lutecium and their oxides.  
Chemical—spectral method of determination of impurities of vanadium, tungsten iron, cobalt, manganese, copper, molybden, nickel, niobium, lead, tantalum, titanium and chromium

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 19 октября 1979 г. № 3988 срок действия установлен

с 01.01. 1981 г.  
до 01.01. 1986 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает химико-спектральный метод определения примесей ванадия, вольфрама, железа, кобальта, марганца, меди, молибдена, никеля, ниобия, свинца, тантала, титана и хрома в иттрии, лантане, иттербии, лютеции и их оксидах.

Метод основан на групповом концентрировании примесей флюктуирующей коллоидных растворов диэтилдитиокарбонатов, тиоксидатов или гидроокисей примесных элементов с помощью полиакриламида в присутствии графитового порошка и последующем спектральном анализе полученного концентрата.

Определяемые концентрации примесей:

ванадия	от $5 \cdot 10^{-6}$	до $1 \cdot 10^{-4}\%$
вольфрама	от $5 \cdot 10^{-5}$	до $1 \cdot 10^{-3}\%$
железа	от $5 \cdot 10^{-5}$	до $2 \cdot 10^{-4}\%$
кобальта	от $2 \cdot 10^{-6}$	до $1 \cdot 10^{-4}\%$
марганца	от $5 \cdot 10^{-6}$	до $5 \cdot 10^{-5}\%$
меди	от $5 \cdot 10^{-6}$	до $5 \cdot 10^{-5}\%$
молибдена	от $2 \cdot 10^{-5}$	до $5 \cdot 10^{-4}\%$
никеля	от $2 \cdot 10^{-6}$	до $1 \cdot 10^{-4}\%$
ниобия	от $1 \cdot 10^{-4}$	до $3 \cdot 10^{-2}\%$
свинца	от $2 \cdot 10^{-6}$	до $1 \cdot 10^{-4}\%$
тантала*	от $1 \cdot 10^{-4}$	до $3 \cdot 10^{-2}\%$
титана	от $1 \cdot 10^{-5}$	до $5 \cdot 10^{-4}\%$
хрома	от $5 \cdot 10^{-6}$	до $2 \cdot 10^{-4}\%$

\* Анализ лантана и его окиси на примесь тантала не проводится.

## 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 23862.0—79.

## 2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Спектрограф дифракционный ДФС-8 с решеткой 600 штр/мм, работающий в первом порядке отражения, и трехлинзовой системой освещения или аналогичный.

Генератор дуговой ДГ-2 с дополнительным реостатом или аналогичный, приспособленный для поджига дуги постоянного тока высокочастотным разрядом.

Лампа инфракрасная ИКЗ-500 с регулятором напряжения типа РНО-250—0,5 или аналогичным.

Бокс из органического стекла.

Выпрямитель 250—300 В, 30—50 А.

Спектропроектор ПС-18 или аналогичный.

Микрофотометр нерегистрирующий типа МФ-2 или аналогичный.

Весы аналитические типа АДВ-200.

Весы торсионные типа ВТ-500.

Плитка электрическая.

Станок для заточки электродов.

Ступки из фторопласта-4 или органического стекла.

Баночки из полиэтилена.

Фотопластинки типа ЭС.

Порошок графитовый марки ОСЧ-7—4.

Угли спектральные ОСЧ-7—3.

Электроды, выточенные из углей спектральных ОСЧ-7—3, диаметром 6 мм, с кратером диаметром 4 мм и глубиной 6 мм.

Электроды графитовые фасонные для спектрального анализа ОСЧ-7—4 диаметром 6 мм, заточенные на конус, или электроды той же формы, выточенные из углей спектральных ОСЧ-7—3.

Каждую пару электродов подвергают очистке обжигом в дуге постоянного тока 15 А в течение 15 с непосредственно перед анализом.

Тигли Гуча, диаметр 15 мм.

Ванадия (V) окись, ч. д. а.

Вольфрама (VI) окись для спектрального анализа, ч. д. а.

Железа окись по ГОСТ 4173—77, ч. д. а.

Кобальта закись-окись по ГОСТ 4467—79, ч. д. а.

Марганца (IV) окись безводная ОСЧ-9—2.

Меди окись по ГОСТ 16539—79, порошкообразная.

Молибдена (VI) окись, ч. д. а.

Никеля окись по ГОСТ 4331—73, ч.

Ниобия (V) окись ОСЧ-7—3.

Свинца окись по ГОСТ 9199—77, ч. д. а.

Тантала (V) окись ОСЧ-7—3.

Титана (IV) окись ОСЧ-6—2.

Хрома окись по ГОСТ 2912—73.,

Вода деионизованная с удельным электросопротивлением 20—24 МОм/см.

Кислота соляная особой чистоты по ГОСТ 14261—77, разбавленная 1:1 и 1:10.

Аммиак водный ОСЧ 17—4, разбавленный 1:10.

Натрия N, N'-диэтилдитиокарбамат по ГОСТ 8864—71, 2% -ный раствор, 0,1% -ный раствор.

8-меркаптохинолилат натрия (тиооксинат), 0,5% -ный свежеприготовленный раствор.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72, дважды перегнанный в кварцевом приборе.

Лантана окись, чистая по определяемым примесям.

Иттербия окись, чистая по определяемым примесям.

Лютеция окись, чистая по определяемым примесям.

Иттрия окись, чистая по определяемым примесям.

Полиакриламид 0,2% -ный водный раствор (2 г продажного продукта растворяют в 1000 мл воды).

Бумага универсальная индикаторная.

Натрий хлористый ОСЧ-6—2.

### 3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

#### 3.1. Приготовление образцов сравнения

3.1.1. Головной образец на основе графитового порошка (ГОГП), содержащий по 1% каждой из определяемых примесей, готовят следующим образом.

Навески массой 0,0178 г ванадия окиси (V), 0,0126 г окиси вольфрама (VI), 0,0143 г окиси железа, 0,0137 г закись-окиси кобальта, 0,0158 г окиси марганца (IV) безводной, 0,0125 г окиси меди порошкообразной, 0,0150 г окиси молибдена (VI), 0,0141 г черной окиси никеля, 0,0143 г окиси ниобия (V), 0,0108 г окиси свинца, 0,0122 г окиси тантала (V), 0,0167 г окиси титана (IV), 0,0146 г окиси хрома помещают в ступку из органического стекла или фторопласта-4 и добавляют 0,8156 г графитового порошка. Смесь тщательно перетирают с этиловым спиртом в течение 50 мин и высушивают под инфракрасной лампой. Во избежание внесения загрязнений перетирание в ступке и высушивание под инфракрасной лампой проводят в боксе из органического стекла.

3.1.2. Образцы сравнения ОС 1 — ОС 3 готовят последовательным разбавлением ГОГП, а затем каждого последующего образца графитовым порошком.

Содержание каждой из определяемых примесей в образцах ОС 1—ОС 3 и вводимые в смесь навески графитового порошка и предыдущего образца приведены в табл. 1.

Таблица 1

Обозначение образца	Массовая доля каждого из определяемых элементов, %	Массы навесок, г	
		графитового порошка	предыдущего образца (в скобках указано его обозначение)
ОС 1	1·10 <sup>-1</sup>	1,800	0,200 (ГОГП)
ОС 2	3·10 <sup>-2</sup>	1,400	0,600 (ОС 1)
ОС 3	1·10 <sup>-2</sup>	1,333	0,667 (ОС 2)
ОС 4	3·10 <sup>-3</sup>	1,400	0,600 (ОС 3)
ОС 5	1·10 <sup>-3</sup>	1,333	0,667 (ОС 4)
ОС 6	3·10 <sup>-4</sup>	1,400	0,600 (ОС 5)
ОС 7	1·10 <sup>-4</sup>	1,333	0,667 (ОС 6)
ОС 8	3·10 <sup>-5</sup>	1,400	0,600 (ОС 7)

Указанные в табл. 1 навески графитового порошка и предыдущего образца помещают в ступку, тщательно перетирают с этиловым спиртом в течение 30 мин и высушивают под инфракрасной лампой. Перетирание в ступке и высушивание под инфракрасной лампой проводят в боксе из органического стекла.

#### 4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

##### 4.1. Концентрирование примесей

Концентрирование проводят в боксе из органического стекла, нагревательные элементы электроплитки должны быть закрыты графитовой или кварцевой кюветой.

Навеску окиси РЗЭ массой 2 г или соответствующее количество РЗМ помещают в кварцевый стакан вместимостью 100 мл и растворяют в 7—12 мл соляной кислоты, разбавленной 1:1, при нагревании, стакан при этом закрывают часовым стеклом. Раствор упаривают до влажных солей, остаток растворяют в ~50 мл воды. Растворами аммиака (1:10) или соляной кислоты, разбавленной 1:10, устанавливают рН-2 (по универсальной индикаторной бумаге). Полученный раствор нагревают до ~90°C, приливают 2,5 мл 2%-ного раствора диэтилдитиокарбамата натрия, 5 мл раствора полиакриламида, при этом рН полученного раствора должен быть 5,5. Содержимое стакана тщательно перемешивают кварцевой палочкой в течение 3—5 мин до образования нерастворимых гелеобразных бурых частиц — волокон, добавляют 50 мг графитового порошка, 2 мл раствора тиоксината натрия и вновь тщательно перемешивают в течение 3—5 мин. Охлажденный до комнатной темпе-

ратуры раствор с осадком фильтруют через фильтр «синяя лента», помещенный в тигель Гуча, используя колбу Бунзена с отсосом. Осадок (концентрат примесей) промывают 2—3 раза 0,1%-ным раствором диэтилдитиокарбамата натрия порциями по 5 мл, обмывая палочку, стенки стакана и тигля. Затем тигель Гуча (с осадком) помещают в кварцевую чашку вместимостью 30 мл и досуха сушат осадок (без озоления фильтра) в течение 10—15 мин. Осадок вместе с фильтром переносят в кварцевую чашку вместимостью 10 мл (фильтром книзу) и озоляют фильтр в течение 3—5 мин на электроплитке, закрытой кварцевой пластиной. После озоления фильтра чашку накрывают часовым стеклом и еще выдерживают на электроплитке в течение 10—15 мин.

После охлаждения весь сухой остаток переносят из чашки на кальку, добавляют 2 мг хлористого натрия, перемешивают и полученной смесью заполняют электроды для спектрального анализа.

Анализ каждой пробы проводят из трех параллельных навесок. Одновременно с каждой партией анализов проводят через все стадии анализа три контрольных опыта на все реактивы, получая три сухих остатка-концентрата.

#### 4.2. Спектральный анализ концентратов

К каждому концентрату, полученному из контрольных опытов, и к 50 мг каждого из образцов сравнения ОС 1—ОС 8 добавляют по 2 мг хлористого натрия и спектрально чистой по определяемым примесям окиси анализируемого РЗЭ и перемешивают. Каждую смесь помещают в кратер электрода (анода) диаметром 4 мм и глубиной 6 мм. Верхний электрод, заточенный на конус, служит катодом; между электродами зажигают дугу постоянного тока. Ток 15 А. Расстояние между электродами — 3 мм. Спектры фотографируют на спектрографе ДФС-8, используя фотопластинки ЭС. Ширина щели спектрографа — 15 мкм, время экспозиции — 45 с. Промежуточную диафрагму в трехлинзовом конденсоре подбирают так, чтобы почернения фона вблизи аналитических линий находились в области нормальных почернений.

В одинаковых условиях фотографируют по три раза спектры концентратов анализируемых проб, по три раза спектры концентратов, полученных из контрольных опытов, и по два раза спектры каждого образца сравнения.

Экспонированные фотопластинки проявляют, промывают водой, фиксируют, промывают в проточной воде (15 мин) и сушат.

### 5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. В каждой спектрограмме фотометрируют почернения аналитической линии определяемого элемента  $S_A$  (см. табл. 2) и близлежащего фона  $S_\Phi$  и вычисляют разность почернений  $\Delta S = S_A - S_\Phi$ . По двум параллельным значениям  $\Delta S_1$  и  $S_2$  находят среднее

Таблица 2

Определяемый элемент	Длина волны аналитической линии, нм
Ванадий	318,54
Вольфрам	294,44*
Железо	248,33
Кобальт	242,49
	304,4
Марганец	280,11
Медь	324,75
Молибден	317,03
Никель	300,25**
Ниобий	295,09
Свинец	283,31
Тантал	271,47***
Титан	307,86
	302,16
Хром	284,33

\* При анализе иттербия и его окиси — 294,70 нм.

\*\* При анализе иттербия и его окиси — 301,20 нм; иттрия и лантана — 305,0 нм.

\*\*\* Анализ лантана и его окиси на примесь тантала не проводится.

арифметическое  $\Delta\bar{S}$ . Градуировочный график строят в координатах  $(\lg C, \Delta\bar{S})$ , используя значения  $\Delta\bar{S}$  для образцов сравнения.

Используя значения  $\Delta\bar{S}$  для концентратов анализируемой пробы и концентратов контрольных опытов, по градуировочному графику находят средние значения содержания определяемой примеси.

5.2. Массовую долю определяемого элемента ( $X$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1}{m_2} (C_{\text{пр}} - C_{\text{к}}),$$

где  $m_1$  — масса навески графитового порошка-коллектора, мг;

$m_2$  — масса навески анализируемой пробы, мг;

$C_{\text{пр}}$  — среднее значение массовой доли определяемого элемента в концентратах анализируемой пробы, %;

$C_{\text{к}}$  — среднее значение массовой доли определяемого элемента в концентратах контрольного опыта, %.

5.3. Расхождение результатов трех параллельных определений (отношение наибольшего из них к меньшему), а также расхождение результатов двух анализов (отношение большего из них к меньшему) не должно превышать величин допускаемых расхождений, указанных в табл. 3.

Определяемый элемент	Массовая доля, %	Допускаемые расхождения
Ванадий	$5 \cdot 10^{-6}$	3,1
	$3 \cdot 10^{-5}$	2,9
	$1 \cdot 10^{-4}$	2,7
Вольфрам	$5 \cdot 10^{-5}$	2,8
	$3 \cdot 10^{-4}$	2,5
	$1 \cdot 10^{-3}$	2,4
Железо	$3 \cdot 10^{-5}$	3,5
	$6 \cdot 10^{-5}$	3,1
	$2 \cdot 10^{-4}$	3,0
Кобальт	$2 \cdot 10^{-6}$	2,7
	$3 \cdot 10^{-5}$	2,3
	$1 \cdot 10^{-4}$	2,2
Марганец	$5 \cdot 10^{-6}$	2,5
	$1 \cdot 10^{-5}$	2,4
	$5 \cdot 10^{-5}$	2,0
Медь	$5 \cdot 10^{-6}$	3,5
	$1 \cdot 10^{-5}$	3,2
	$5 \cdot 10^{-5}$	3,2
Молибден	$2 \cdot 10^{-5}$	2,9
	$8 \cdot 10^{-5}$	2,7
	$5 \cdot 10^{-4}$	2,5
Никель	$2 \cdot 10^{-6}$	3,3
	$1 \cdot 10^{-5}$	2,8
	$1 \cdot 10^{-4}$	2,6
Ниобий	$1 \cdot 10^{-4}$	2,6
	$1 \cdot 10^{-3}$	2,3
	$3 \cdot 10^{-2}$	2,0
Свинец	$2 \cdot 10^{-6}$	2,7
	$1 \cdot 10^{-5}$	2,3
	$1 \cdot 10^{-4}$	2,2

Продолжение табл. 3

Определяемый элемент	Массовая доля, %	Допускаемые расхождения
Тантал	$1 \cdot 10^{-4}$	2,5
	$1 \cdot 10^{-3}$	2,3
	$3 \cdot 10^{-2}$	2,3
Титан	$1 \cdot 10^{-5}$	2,7
	$8 \cdot 10^{-5}$	2,5
	$5 \cdot 10^{-4}$	2,4
Хром	$5 \cdot 10^{-6}$	2,5
	$2 \cdot 10^{-5}$	2,3
	$2 \cdot 10^{-4}$	2,3



нение № 2 ГОСТ 23862.10—79 Редкоземельные металлы и их окиси. Химико-  
ральные методы определения примесей ванадия, вольфрама, железа, ко-  
та, марганца, меди, молибдена, никеля, ниобия, свинца, тантала, титана и  
а

ождено и введено в действие Постановлением Государственного комитета  
по управлению качеством продукции и стандартам от 17.05.90 № 1204

Дата введения 01.01.91

Зводная часть. После слов «метод определения ванадия» исключить слово:  
ма».

Раздел 1. Заменить слова: «Метод II» на «Метод I».

Раздел 2. Заменить слова и ссылку: «Вода деионизованная» на «Вода биди-  
ят или деионизованная»; «Аммиак водный ОСЧ 17—4» на «Аммиак водный  
ОСТ 24147—80, ос.ч.»; «8-меркаптохинолилат натрия (тиоксинат» на  
рия меркаптохинолилат (тиоксинат)»; ГОСТ 18300—72 на ГОСТ 18300—87;  
исключить ссылки: ГОСТ 4173—77, ГОСТ 9199—77.

Метод II. Первый абзац. Исключить слово: «хрома»;

второй абзац. Заменить слова: «из пористого фторопласта-4» на «из фторо-  
га»;

третий абзац изложить в новой редакции: «Интервалы определяемых мас-  
х долей примесей:

дия	от $3 \cdot 10^{-7}$	до $3 \cdot 10^{-4}$	$\frac{\%}{10}$
анца	от $1 \cdot 10^{-6}$	до $1 \cdot 10^{-4}$	$\frac{\%}{10}$
за	от $3 \cdot 10^{-5}$	до $3 \cdot 10^{-4}$	$\frac{\%}{10}$
льта	от $3 \cdot 10^{-7}$	до $3 \cdot 10^{-4}$	$\frac{\%}{10}$
ля	от $1 \cdot 10^{-6}$	до $3 \cdot 10^{-4}$	$\frac{\%}{10}$
	от $2 \cdot 10^{-6}$	до $1 \cdot 10^{-4}$	$\frac{\%}{10}$ ».

Раздел 6. Заменить слова: «Колонки из фторопласта-4 высотой 15 мм, диа-  
ом 20 мм» на «Колонки из порошкового фторопласта: 3,5 г порошкового  
опласта (фракция менее 0,1 мм) помещают в фильтрующие воронки с  
трами из спекшегося стеклянного порошка класса ПОР 160 или ПОР 40  
етром фильтра 20 мм и уплотняют до высоты фторопластового слоя 15 мм»;  
а бидистиллят» на «Вода бидистиллят или деионизованная с удельным  
рическим сопротивлением 20—24 МОм·см»; «Аммиак водный по ГОСТ  
—79, ч.д.а., разбавленный 1:10» на «Аммиак водный по ГОСТ 24147—80,  
разбавленный 1:10»; «Натрия 8-меркаптохинолилат (тиоксинат) раствор с  
ентрацией 5 г/дм<sup>3</sup>» на «Натрия меркаптохинолилат (тиоксинат) свежепри-  
зленный раствор с концентрацией 5 г/дм<sup>3</sup>»;  
последний абзац исключить;

заменить ссылку ГОСТ 18300—72 на ГОСТ 18300—87; исключить ссылку:  
ГОСТ 4173—77.

Пункт 7.1. Второй абзац. Исключить слова: «0,0146 г хрома окиси»; заменить  
значение: 0,9130 г на 0,9118 г.

Пункт 8.1. Первый абзац. Заменить слова и значения: «массой 2—5 г» на  
«массой 0,5—5 г», «в 7—20 см<sup>3</sup>» на «в 2—20 см<sup>3</sup>»;

второй абзац изложить в новой редакции: «К полученному раствору прили-  
вают 2,5 см<sup>3</sup> раствора N, N'-диэтилдитиокарбамата натрия с концентрацией  
20 г/дм<sup>3</sup> и 2 см<sup>3</sup> раствора тиоксината натрия. При этом должно установиться  
значение pH=5,5—6 (контроль по универсальной индикаторной бумаге). Рас-  
твор фильтруют через фторопластовую колонку, установленную в колбе Бунзена,  
при разрежении, создаваемом водоструйным насосом»;

третий абзац. Заменить слова: «шесть раз раствором» на «30—60-ю см<sup>3</sup>  
раствора».

Пункт 9.1. Таблицу 5 изложить в новой редакции:

Таблица 5

Основа	Определяемый элемент	Длины волн аналитических линий, нм
Окиси лантана, иттрия, самария, европия, тербия, гольмия, тулия, иттербия и лютеция	Ванадий	318,4
	Железо	248,3
	Кобальт	252,1
		282,1
	Марганец	257,6
	Медь	327,4
	Никель	300,3 305,1
Окиси празеодима и неодима	Ванадий	318,4
	Железо	259,8
	Кобальт	252,1
		304,4
	Марганец	257,6
		280,1
	Медь Никель	327,4 300,3 305,1
с гадолиния	Ванадий	318,4
	Железо	248,3
	Кобальт	252,1
		304,4
	Марганец	257,6
		280,1
	Медь Никель	327,4 282,4 305,1 303,7
с диспрозия	Ванадий	318,4
	Железо	272,1
	Кобальт	252,1
		304,4
	Марганец	257,6
		279,5
	Медь Никель	327,4 305,1 303,7 301,2
с эрбия	Ванадий	318,4
	Железо	248,3
	Кобальт	252,1
		304,4
	Марганец	280,1
	Медь Никель	324,7 301,2

Пункт 9.3. Таблицу 6 изложить в новой редакции:

Таблица 6

Определяемый элемент	Массовая доля, %	Допускаемые расхождения
Ванадий	$3 \cdot 10^{-7}$	3,3
	$5 \cdot 10^{-5}$	3,1
	$5 \cdot 10^{-5}$	2,9
Железо	$3 \cdot 10^{-5}$	3,5
	$6 \cdot 10^{-5}$	3,1
	$2 \cdot 10^{-4}$	3,0
Кобальт	$3 \cdot 10^{-7}$	3,0
	$2 \cdot 10^{-3}$	2,7
	$1 \cdot 10^{-4}$	2,2
Марганец	$1 \cdot 10^{-8}$	2,9
	$1 \cdot 10^{-5}$	2,4
	$1 \cdot 10^{-4}$	2,0
Медь	$2 \cdot 10^{-6}$	3,5
	$1 \cdot 10^{-5}$	3,2
	$1 \cdot 10^{-4}$	3,0
Никель	$1 \cdot 10^{-6}$	3,3
	$1 \cdot 10^{-5}$	2,8
	$1 \cdot 10^{-4}$	2,6

(ИУС № 8 1990 г.)